

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-097581

(43)Date of publication of application : 20.04.1993

(51)Int.Cl. C30B 29/04  
C30B 25/02  
C30B 25/16

(21)Application number : 03-265179

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 17.09.1991

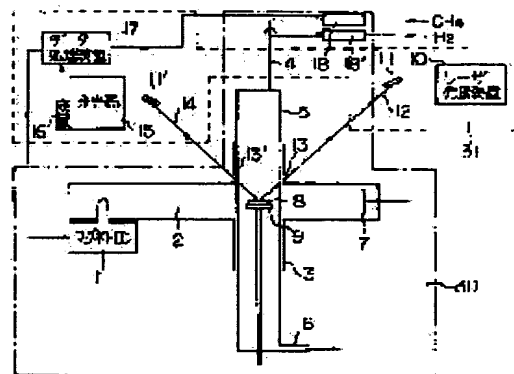
(72)Inventor : MITOMO TORU  
KONDO HIDEKAZU  
OOTA TOMOHIRO

## (54) METHOD FOR SYNTHESIZING DIAMOND AND SYNTHESIZING DEVICE USED THEREFOR

## (57)Abstract:

PURPOSE: To readily and stably synthesize various diamond thin films and to obtain a synthesizing device useful for the synthesis.

CONSTITUTION: A vapor-phase growth part 30 to synthesize a diamond thin film is connected to a film quality control part 31, the vapor-phase growth part 30 is provided with openings 13 and 13'. Laser beam 12 from the film quality control part 31 is passed through the opening 13, irradiated to a substrate 8 arranged in a reaction tube 5 and scattering light or emission 14 from the substrate 8 is observed by its passage through the opening 13'. The film quality control part 31 is provided with a spectrometer 15 and a light detector 16 of observing and detecting the scattered light or emission 14 and further equipped with a data treating device 17 for treating results obtained by the light detector 16 and controlling synthetic conditions of diamond thin film.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-97581

(43)公開日 平成5年(1993)4月20日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 29/04	A	7821-4G		
25/02	P	9040-4G		
25/16		9040-4G		

審査請求 未請求 請求項の数4(全 8 頁)

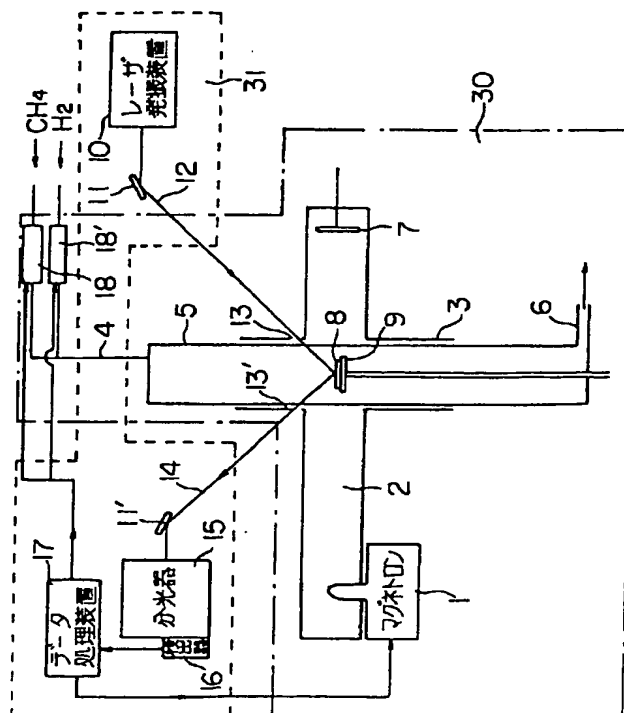
(21)出願番号	特願平3-265179	(71)出願人	000001258 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号
(22)出願日	平成3年(1991)9月17日	(72)発明者	三友 亨 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内
		(72)発明者	近藤 英一 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内
		(72)発明者	太田 与洋 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内
		(74)代理人	弁理士 長谷川 芳樹 (外3名)

(54)【発明の名称】 ダイヤモンド合成法及びそれに用いる合成装置

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 本発明は、種々の膜質のダイヤモンド薄膜を容易に、しかも安定して合成することのできるダイヤモンド薄膜合成法とそれに用いられる合成装置を得ること。

【構成】 ダイヤモンド薄膜を合成する気相成長部(30)は膜質制御部(31)に接続されており、この気相成長部(30)には開口(13)、(13')が設けられている。膜質制御部(31)からのレーザ光(12)は、この開口(13)を通過して反応管(5)内に設置されている基体(8)上に照射され、また基体(8)からの散乱光・発光(14)は、開口(13')を通過することによって観測されるようになっている。膜質制御部(31)には、この散乱光もしくは発光(14)を観測して検出する分光器(15)及び光検出器(16)が設けられ、さらに、その光検出器(16)で得られた結果を処理してダイヤモンド薄膜の合成条件を制御するデータ処理装置(17)が設置されている。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 気相成長法により基板上にダイヤモンド薄膜を合成する際、該ダイヤモンド薄膜に光を照射し、該ダイヤモンド薄膜からの光を検出して成膜条件を制御しながら合成することを特徴とするダイヤモンド合成法。

【請求項2】 前記ダイヤモンド薄膜からの光は、散乱光もしくは発光、あるいは吸収光である請求項1記載のダイヤモンド合成法。

【請求項3】 気相成長法によりダイヤモンド薄膜を合成する気相反応手段と、前記ダイヤモンド薄膜に光を照射して成膜条件を制御する膜質制御手段とを備え、前記気相反応手段は、前記ダイヤモンド薄膜に照射する光を通す開口を少なくとも1つ有し、前記膜質制御手段は、前記ダイヤモンド薄膜に照射する光の光源と、前記ダイヤモンド薄膜からの光を観測する光検出部と、該光検出部で得られた結果を処理して前記気相反応手段に伝達するデータ処理装置とを有することを特徴とするダイヤモンド合成装置。

【請求項4】 前記ダイヤモンド薄膜からの光は、散乱光もしくは発光、あるいは吸収光である請求項3記載のダイヤモンド合成装置

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、気相成長法を用いたダイヤモンド合成法とそれに用いられる合成装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】ダイヤモンドは硬度、熱伝導度、絶縁性などに優れた特性を持っており、それぞれの特性をいかし多方面に活用されている。近年、CVD法（気相成長法）によりダイヤモンド薄膜あるいはダイヤモンド状薄膜が合成されるようになった。これにより、切削工具、耐摩耗工具の保護膜のみならず光学用材料、半導体材料などの高機能材料の素材としても注目をあびている。

【0003】ダイヤモンド薄膜を気相成長法で合成する方法はこれまでに種々開発されているが、高機能材料に使用できる膜質のものが得られる方法としては、特開昭58-91100号公報に開示されている熱フィラメントCVD法、特開昭58-110494号公報に開示されているマイクロ波プラズマCVD法が挙げられる。これらの方法により合成されたダイヤモンド膜は、種々の用途に応じて適した膜質を有することが必要である。例えば、摺動部材へのコーティングにはある程度グラファイトが混在するような平滑な膜である必要がある。またこれとは逆に、光学用材料や半導体材料のような光学的、電気的物性を利用するものは不純物や結晶欠陥の少ない、高い結晶性を有するものでなければならない。高硬度であることを利用した超硬工具へのコーティングなどは、ちょうどこれらの中間に位置し、比較的結晶性の

良い膜が必要となる。さらに特殊な用途によっては、膜厚方向に順次膜質を変えなければならない場合もある。

【0004】このように、用途に応じて種々の膜質を持ったダイヤモンド薄膜が必要であり、このそれぞれに対して適した成膜条件を決定しなければならない。従って条件出しに必要な時間は非常に大きいものとなる。

【0005】一方、ダイヤモンド薄膜合成においては、成膜条件のわずかな変化により、膜質が大きく変わってしまう場合がある。例えば、原料ガス中の含炭素化合物濃度の場合、0.1%の違いで、また基板温度の場合20℃程度の違いで膜質が変わる。さらに、熱フィラメント法を用いた場合、フィラメントの経時変化により条件設定がより困難になる。このように一定の膜質のダイヤモンド薄膜を安定的に合成することは難しい問題である。

【0006】このような問題を解決する手段としては特開平2-248396号公報に開示されている「高品位ダイヤモンド及びその製造方法」のごとく、ある一定時間合成したダイヤモンドの膜質をチェックした後、再び成膜を行うという方法がある。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかし上述の「高品位ダイヤモンド及びその製造方法」においては一定時間ごとに反応を中断して生成物を取り出さなくてはならず、それによる時間のロスが大きいという問題点がある。また、一定時間経たないと膜質が判らないということから、その時点まで目的とする膜質とは全く異なる条件で成膜している可能性もあり、本質的に本問題を解決しているわけではない。

【0008】本発明は、上述した問題を解決し、所望の膜質を持つダイヤモンド膜を安定して供給することを目的とするものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明のダイヤモンド合成法は、気相成長法により基板上にダイヤモンド薄膜を合成する際、ダイヤモンド薄膜に光を照射し、ダイヤモンド薄膜からの光を検出して成膜条件を制御しながら合成することを特徴とする。検出される光は、ダイヤモンド薄膜からの散乱光もしくは発光、あるいは吸収光であることが望ましい。

【0010】一方、上述の合成法を実施するためのダイヤモンド合成装置は、気相成長法によりダイヤモンド薄膜を合成する気相反応手段と、ダイヤモンド薄膜に光を照射して成膜条件を制御する膜質制御手段とを備え、気相反応手段は、ダイヤモンド薄膜に照射する光を通す開口を少なくとも1つ有し、膜質制御手段は、ダイヤモンド薄膜に照射する光の光源と、ダイヤモンド薄膜からの光を観測する光検出部と、光検出部で得られた結果を処理して前述の気相反応手段に伝達するダイヤモンド薄膜の成膜条件を制御するデータ処理装置とを有することを

特徴とする。なお、ダイヤモンド薄膜からの光は、散乱光もしくは発光、あるいは吸収光であることが望ましい。

#### 【0011】

【作用】本発明者らは、種々の膜質を持つダイヤモンド薄膜を容易に、しかも安定して成膜できる手法を開発するため研究を重ねた結果、合成したダイヤモンド薄膜の膜質とレーザ光により励起されたダイヤモンド薄膜からの発光、あるいはダイヤモンド薄膜自体が吸収する光の波長との間に一定の関係があることを発見した。この現象は従来ダイヤモンドの測定に用いられた1333 cm<sup>-1</sup>のラマン散乱光を含めるものであるが、それだけでなく紫外域から赤外域に渡り見出だされたものである。

【0012】例えば、発光の場合、ラマン散乱光を例にとれば、1333 cm<sup>-1</sup>のピーク強度が強いほどダイヤモンドの膜質（結晶性）は良く、1600 cm<sup>-1</sup>のピークが強いと非ダイヤモンド成分（グラファイト成分）が増加するといえる。またダイヤモンド合成時の発光は合成時の基板温度によりピークの位置が変化するものの、ダイヤモンド合成温度以下であれば、観測可能程度の信号が得られることを見出した。

【0013】また吸収光の観測の場合可視吸収を測定すると、グラファイト成分が多くなると（結晶性が悪くなると）短波長部から吸収が始まる。この場合もダイヤモンド合成時の基板温度により吸収端の位置が変化するものの、ダイヤモンド合成温度以下であれば、観測可能程度の信号が得られることが判った。

【0014】上記の知見を本発明に利用することにより、先に述べた問題点を解決することができる。

【0015】すなわちダイヤモンド薄膜を合成しつつ、そのダイヤモンド薄膜に照射された光の検出光、特に散乱光、発光のピーク位置とピーク強度、あるいは吸収光の吸収端を観測することによって、合成中にダイヤモンド薄膜の膜質を知ることができ、成膜条件を制御することができる。このため、合成を中断することなく、目的に応じた膜質を得ることができる。

【0016】また、上述の方法を用いる合成装置では、気相反応手段にダイヤモンド薄膜に光を照射できるよう開口が設けられており、膜質制御手段にはダイヤモンド薄膜からの検出光、特に散乱光もしくは発光、あるいは吸収光を観測してその結果を処理し、気相反応手段に伝達するデータ処理装置が設置されている。このため、ダイヤモンド薄膜を合成しつつ、目的に応じた膜質を得るための成膜条件を制御することができる。

#### 【0017】

【発明の具体的な構成】図1は、本発明の合成方法を用いた合成装置の第1の構成を示したものであり、マイクロ波プラズマCVD装置の1概念図である。

【0018】図示されるようにこの合成装置は気相成長部30と膜質制御部31とで構成されている。気相成長

部30の主要部である反応管5には、原料ガスを反応管5内に送り込む流量制御器18、18'及び原料ガス導入管4が接続され、反応管5内には基体ホルダー9が設置され、その上には薄膜を合成する基体8が配置されている。さらに、この反応管5は矩形導波管2付きのアプリケーション3内に固定されており、矩形導波管2は、プラズマ形成のためマグネトロン1で発生したマイクロ波が基体8上まで矩形導波管2内を直進できるように位置決めされている。このアプリケーション3には、外部に設置されているレーザ発振装置（例えばヘリウムネオンレーザ装置）10からの光を基体8上に照射させることができるよう、また、基体8からの散乱光もしくは発光を観測することができるよう、2つの開口13、13'が設けられている。

【0019】反応管5を中心とする気相成長部30には、合成するダイヤモンド薄膜の膜質を制御する膜質制御部31が接続されている。基体8からの散乱光もしくは発光を観測して検出する分光器15及び光検出器16が設けられ、さらに、その光検出器で得られた結果を処理してダイヤモンド薄膜の合成条件を制御するデータ処理装置17が設置されている。

【0020】上述の合成装置を用いたダイヤモンド薄膜合成法は、まず、原料ガスが流量制御器18、18'を介して原料ガス導入管4を通過し、アプリケーション3内に設置されている反応管5に導入される。反応管5内は所定の圧力に設定され、原料ガスは反応管5の下部に設けられている排気口6より排気される。次に、マグネトロン1で発生したマイクロ波は矩形導波管2の管内を直進してブランジャー7で反射され、反応管5内に設置された基体ホルダー9上の基体8の周囲にプラズマを形成する。これにより、基体8上にダイヤモンド薄膜が合成される。この時レーザ発振装置10から発振されたレーザ光12を合成中のダイヤモンド薄膜に照射し、ダイヤモンド薄膜から生じる散乱光もしくは発光14を光検出器16で測定する。このとき、結晶性、非ダイヤモンドの混入等膜質の評価を行うとともに、所望の膜質を持つ膜を合成することができるよう成膜条件を調整する。この方法より、用途に応じた膜質のダイヤモンド薄膜を安定して得ることができる。ここでは原料ガス比、マイクロ波パワーを調整するように設置しているが、圧力、基板位置など変えても目的を達成することができる。

【0021】図2は、本発明の合成方法を用いた合成装置の第2の構成を示したものであり、マイクロ波プラズマCVD装置の1概念図である。

【0022】図示されるようにこの合成装置は気相成長部30と膜質制御部31とで構成されている。気相成長部30の構成は基本的には前述の第1の構成と同様であるが、反応管5には、外部に設置されているランプ100からの光を基体81上に照射させることができるよう開口13、13'の代わりに光入射窓19が設けられて

いる。このランプ100はタングステンランプに限らず紫外から可視域の発光体であればよい。

【0023】反応管5を中心とする気相成長部30の外部には、ダイヤモンド薄膜の膜質制御手段31が設置されている。膜質制御手段31には、基体81を透過した光を観測して検出する分光器15及び光検出器16が設けられ、さらに、その光検出器16で得られた結果を処理してダイヤモンド薄膜の合成条件を制御するデータ処理装置17が設置されている。

【0024】上述の合成装置を用いたダイヤモンド合成法は、前述の第1の構成で用いる方法と同様に行う。まず、原料ガスが流量制御器18、18'を介して原料ガス導入管4を通過し、アプリーケータ3内に設置してある反応管5に導入される。反応管5内は所定の圧力に設定され、原料ガスは、反応管5の下部に設けられている排気口6より排気される。次に、マグネトロン1で発生したマイクロ波は矩形導波管2の管内を直進してブランジヤ7で反射され、反応管5内に設置された基体ホルダー9上の基体8の周囲にプラズマを形成する。これにより基体81上にダイヤモンド薄膜が合成される。この時ランプ100からの可視光120を合成中のダイヤモンド薄膜に照射し、透過した光を光ファイバー21を通して光検出器16で測定する。このとき膜質の評価を行うとともに、所望の膜質を持つ膜を合成することができるよう成膜条件を調整する。この方法により安定した膜質のダイヤモンド薄膜を得ることができる。

【0025】上述した第1及び第2の構成を含む本発明のダイヤモンド合成条件は、原料ガスとして含炭素化合物ガスと水素を用いる。含炭素化合物ガスとしては炭素を含んでいるものならば特に限定されない。例えば、メタン、エタン、プロパン、エチレン、アセチレン等の炭化水素、メタノール、エタノール、アセトン、一酸化炭素等の含酸素炭素化合物、四塩化炭素、塩化メチル等の含塩素炭素化合物などである。これらの中でも取扱いの容易さ、分解しやすさなどからメタン、アセチレン、エタノールなどが好ましい。

【0026】含炭素化合物と水素との混合比は特に限定されないが、含炭素化合物/水素=0.001~0.2の範囲が好ましい。0.001未満では膜は形成せず、0.2を越えるとグラファイトになってしまう。

【0027】基体としてはダイヤモンドの合成温度である600℃以上で損傷しないものが好ましい。例えばモリブデン、タングステン等の金属、シリコン等の半導体、石英アルミナ等のセラミックである。またダイヤモンドを用いてもよい。

【0028】基体温度は300~1200℃が好ましい。300℃未満や1200℃を越えてはダイヤモンドの成膜速度は著しく落ちるかもしくは成膜しない。

【0029】圧力は0.1~760 Torrの範囲で可能だが、成膜速度、膜質を考慮すると10~100 Torr

rrが好ましい。

【0030】基体ホルダーの材質はある程度の高温に耐えるものが必要である。具体的にはセラミックや高融点金属が良い。セラミックでは、窒化ホウ素(BN)、アルミナ、窒化硅素等が望ましい。金属は加工が容易であるが、マイクロ波プラズマCVD法を用いる場合、プラズマ放電を乱す場合もある。金属ではステンレス、モリブデン、タングステン等が望ましい。

【0031】なおここでは本発明の構成を従来のマイクロ波プラズマCVD法を用いて説明したがダイヤモンド合成法であればどのような方式のものにでも用いることができることは言うまでもない。

【0032】

【実施例】

実施例1

図1に示す装置を用い不純物の少ない結晶性の良いダイヤモンドを安定に合成した。なお、本実施例において、マグネトロン1の発振周波数は2.45GHz、矩形導波管2のサイズは110×55mm、アプリーケータ3のサイズは135×78mm、反応管5は石英製で内径が40mmφ、基体8はシリコン製で20mm角、基体ホルダー9は石英製であり、レーザ光12の波長は633nm、そして開口13と13'は直径10mmであった。

【0033】図1に示す装置を用いた合成法では、始めに原料ガス導入管4より流量制御器18、18'で制御されたメタン/水素=1%の混合ガスを100sccm流し、圧力を30torrとした。マグネトロン1で発生したマイクロ波を200Wで発振し、矩形導波管2により誘導後、ブランジヤ7で反射させ、アプリーケータ3内に設置された反応管5内に定在波を形成させた。それにより反応管5内に設置された基体ホルダー9上のシリコンからなる基体8の周囲にプラズマが形成され、基体8上にダイヤモンド薄膜を合成した。基体温度は約800℃であった。

【0034】このとき、所望の膜質として結晶性の良い(非ダイヤモンド成分の少ない)ダイヤモンドを合成することとする。膜質評価の測定波長としては1320cm<sup>-1</sup>のダイヤモンドのラマンピークを用いた。このピーク波長は800℃の高温のためにシフトしているが、常温では約1333cm<sup>-1</sup>のものである。このピークの強度をモニターしながら、最大になるようマイクロ波パワーと原料ガス比を調整した。マイクロ波パワーは低すぎても高すぎても結晶性のよいダイヤモンドは合成できず、最適値が存在する。一方、ガス比はメタン濃度が減少すれば結晶性は良くなるが、その場合成膜速度が著しく低下してしまう。ここでは、結晶性の良い膜でメタン濃度が最大になるように調整した。このような方法で4時間成膜した。

【0035】成長した膜のSEM(走査型電子顕微鏡)

写真を図2に示す。これよりこの方法を用いることにより結晶性の良いダイヤモンド膜が合成できることが判った。

#### 実施例2

図3に示す装置を用い不純物の少ない欠陥のごく少ないホモエピタキシャルダイヤモンドを安定に合成した。なお、本実施例において、マグネトロン1の発振周波数は2.45GHz、矩形導波管2のサイズは110×55mm、アプリータ3のサイズは135×78mm、反応管5は石英製で内径が40mmφ、基体8は2mm角のダイヤモンド基板（面方位（100））、中空の基体ホルダー20は窒化アルミニウム（AlN）製、光導入窓19は合成石英製であった。

【0036】図3の装置を用いた合成方法では、まず、流量制御器18、18'により制御されたメタン/水素=6%の混合ガスを原料ガス導入管4より100sccm流し、圧力を30torrとした。マグネトロン1で発生したマイクロ波を200Wで発振し、矩形導波管2により誘導後、ブランジャー7で反射させ、アプリータ3内に設置された反応管5内に定在波を形成させる。それにより反応管5内に設置された中空基体ホルダー20上の基体81の周囲にプラズマが形成され、基体81上にダイヤモンド薄膜がエピタキシャル成長する。基体温度は約800℃であった。

【0037】この時、合成したダイヤモンドに可視光を照射し透過する光をモニターし、吸収が無いようマイクロ波パワーと原料ガス比を調整した。エピタキシャル成長の場合マイクロ波パワー、原料ガス比ともに最適値が存在する。非ダイヤモンド成分の成長が認められた場合エッチングにより除去した。このような方法で4時間成膜した。

【0038】成長したエピタキシャル膜のRHEED（ReflectionHigh Energy ElectronDiffraction）パターンを図4に示す。これよりこの方法により欠陥の少ないダイヤモンド膜が容易に合成できることが判った。

#### 実施例3

図5に示す装置を用い不純物の少ない結晶性の良いダイヤモンドを安定に合成した。なお、図5は、本発明のダイヤモンド合成法を用いた熱フィラメントCVD装置の1概念図である。

【0039】図示されるように、この装置は気相成長部30と膜質制御部31とで構成されている。気相成長部30の主要部である反応容器22は、そのサイズが200×200mmである。この反応容器22には、原料ガスを反応容器22内に送り込む流量制御器18、18'及び原料ガス導入管4、さらに外部に設置されている電源24からのタングステン製のフィラメント23が接続されている。この反応容器22内にはステンレス製の基体ホルダー40が設置され、その上には50mm角のシリコンよりなる基体82が配置されている。さらにこの

反応容器22には、外部に設置されているヘリウムネオンを用いたレーザ発振装置10からのレーザ光（633nm）12をミラー11を介して基体82上に照射させることができるよう、また、基体82からの散乱光もしくは発光14をミラー11'を介して観測することができるように、直径10mmの石英製の窓25、25'が設けられている。一方、この反応容器22を中心とする気相成長部30には、合成するダイヤモンド薄膜の膜質を制御する膜質制御部31が接続されている。この膜質制御部には基体82からの散乱光もしくは発光を観測して検出する分光器15及び光検出器16が設けられ、さらに、その光検出器16で得られた結果を処理してダイヤモンド薄膜の合成条件を制御するデータ処理装置17が設置されている。

【0040】上述の装置を用いた合成方法では、まず、流量制御器18、18'により制御されたメタン/水素=1%の混合ガスを原料ガス導入管4より100sccm流し、圧力を30torrとした。タングステンフィラメント23を約2000℃に加熱し、基体温度を約800℃とした。これにより基体82上にダイヤモンド薄膜が合成される。

【0041】この時、実施例1と同様に1320cm<sup>-1</sup>のダイヤモンドのラマンピークをモニターしながら、ピーク強度が最大になるようフィラメント温度と原料ガス比を調整し、4時間成膜を続けた。この場合、フィラメント温度は一般に高いほど結晶性の良いダイヤモンドが合成できるが、基体温度の上昇という問題があり、やはり最適値が存在する。ガス比は上述したごとくメタン濃度が減少すれば結晶性は良くなるが、その場合成膜温度が著しく低下してしまう。ここでは、結晶性の良い膜でフィラメント温度が最大になるよう調整した。その結果、熱フィラメント法においても、本発明による方法を用いることにより、結晶性の良いダイヤモンド膜が安定に合成できることを確認した。

#### 比較例1

従来用いられているマイクロ波プラズマCVD装置を用いて結晶性の良いダイヤモンドの合成を行った。条件は、実施例1の初期条件とし、実施例1と同様の手順でおこなった。条件は原料ガスはメタン/水素=1%、流量100sccm、圧力30Torr、マイクロ波パワー200W、基体温度は約800℃とし、4時間成膜した。

【0042】成長した膜のSEM写真を図6に示す。これより本発明の方法なしに成膜を行った場合に結晶性の劣化したダイヤモンド薄膜が合成する可能性があることが判る。

#### 比較例2

ダイヤモンドホモエピタキシャル膜の合成法は特開平2-233591号広報に開示されており、メタン/水素=6%で合成されるとしている。従来のマイクロ波プラ

10

20

30

40

50

ズマCVD装置を用いてホモエピタキシャルダイヤモンドの合成を行った。条件は実施例2の初期条件とし、実施例2と同様の手順で行った。条件は原料ガスはメタン／水素＝2％、流量100sccm、圧力30Torr、マイクロ波パワー200W、基底温度は約800℃とし、4時間成膜した。

【0043】成長した膜のRHEEDパターンを図7に示す。これより本発明の方法なしに成膜を行った場合に、良好なホモエピタキシャルダイヤモンド膜が合成しない可能性があることが判る。

【0044】

【発明の効果】本発明によれば、ダイヤモンド薄膜に起因する散乱・発光もしくは透過光を測定しながら合成することができ、さらに合成を中断することなく成膜条件を制御することができる。このため、所望の膜質を持つダイヤモンド膜を安易に、しかも安定して合成することができるようになったので、合成ダイヤモンドの実用化に与える効果は大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の具体的な第1の構成、及び実施例1に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置の概念図である。

【図2】本発明の実施例1に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置によるダイヤモンド薄膜のSEM写真である。

【図3】本発明の具体的な第2の構成、及び実施例2に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置の概念図である。

【図4】本発明の実施例2に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置によるホモエピタキシャルダイヤモンド薄膜のRHEEDパターンである。

\*【図5】本発明の実施例3に係る熱フィラメントCVD装置の概念図である。

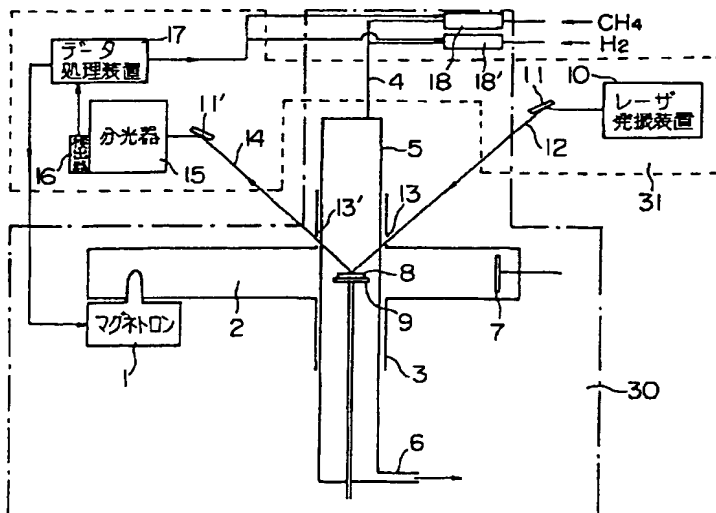
【図6】従来のマイクロ波プラズマCVD装置により合成されたダイヤモンドのSEM写真である。

【図7】従来のマイクロ波プラズマCVD装置により合成されたホモエピタキシャルダイヤモンド薄膜のRHEEDパターンである。

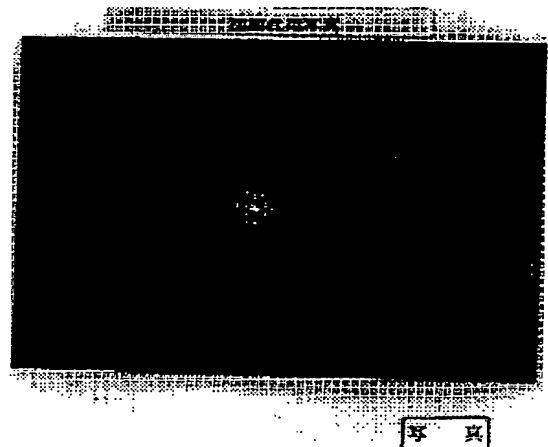
【符号の説明】

- 1…マグネトロン
- 2…矩形導波管
- 3…アプリーケータ
- 4…原料ガス導入管
- 5…石英製反応管
- 6…排気口
- 7…ブランジャー
- 8、81、82…基底
- 9…基底ホルダー
- 10…レーザ発振装置
- 11、11'…ミラー
- 12…レーザ光
- 13、13'…開口
- 14…散乱光もしくは発光
- 15…分光器
- 16…光検出器
- 17…データ処理装置
- 18、18'…流量制御器
- 19…光導入窓
- 20…中空基底ホルダー
- 21…光ファイバー
- 22…反応容器
- 23…フィラメント
- 24…電源

【図1】

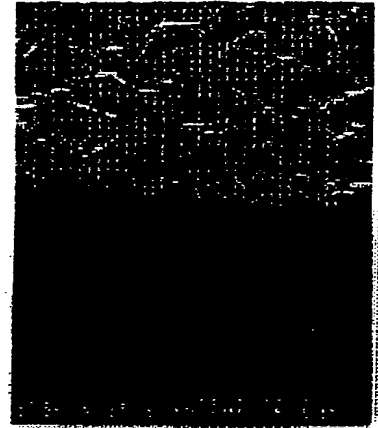


【図7】



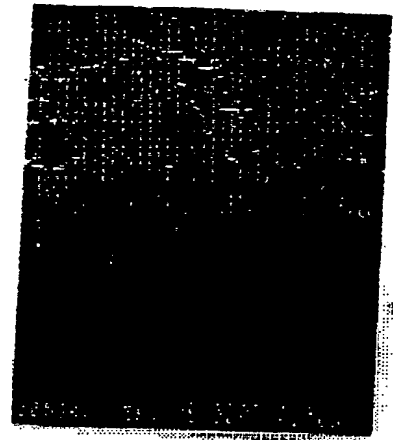


【図 2】



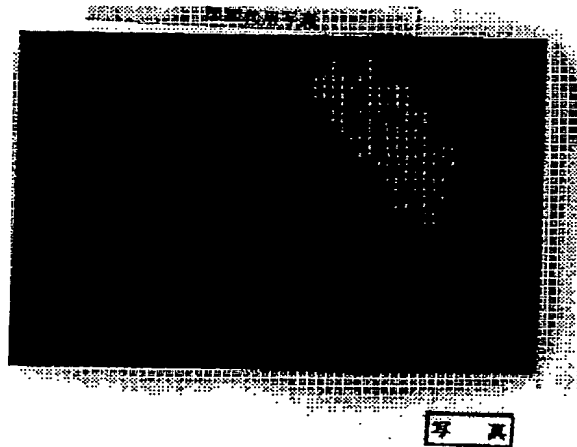
寫 真

【図 6】



寫 真

【図4】



## 【手続補正書】

【提出日】平成4年10月29日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】変更

【補正内容】

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の具体的な第1の構成、及び実施例1に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置の概念図である。

【図2】本発明の実施例1に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置によるダイヤモンド薄膜のSEM写真である。

【図3】本発明の具体的な第2の構成、及び実施例2に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置の概念図である。

【図4】本発明の実施例2に係るダイヤモンド合成法を用いたマイクロ波プラズマCVD装置によるホモエピタキシャルダイヤモンド薄膜のRHEEDパターンである。

【図5】本発明の実施例3に係る熱フィラメントCVD装置の概念図である。

【図6】従来のマイクロ波プラズマCVD装置により合成されたダイヤモンド薄膜のSEM写真である。

【図7】従来のマイクロ波プラズマCVD装置により合成されたホモエピタキシャルダイヤモンド薄膜のRHE

EDパターンである。

## 【符号の説明】

- 1…マグネトロン
- 2…矩形導波管
- 3…アプリーケータ
- 4…原料ガス導入管
- 5…石英製反応管
- 6…排気口
- 7…ブランジャー
- 8、81、82…基体
- 9…基体ホルダー
- 10…レーザ発振装置
- 11、11'…ミラー
- 12…レーザ光
- 13、13'…開口
- 14…散乱光もしくは発光
- 15…分光器
- 16…光検出器
- 17…データ処理装置
- 18、18'…流量制御器
- 19…光導入窓
- 20…中空基体ホルダー
- 21…光ファイバー
- 22…反応容器
- 23…フィラメント
- 24…電源